

УДК

УТВЕРЖДАЮ  
Проректор по науке  
\_\_\_\_\_ Кружаев В.В.  
«\_\_\_» \_\_\_\_\_ 2013

ОТЧЕТ  
О НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКОЙ РАБОТЕ

В рамках выполнения п.2.1.1.1 Плана реализации мероприятий Программы развития УрФУ на  
2013 год

ПО ТЕМЕ:  
«Исследование совместимости тугоплавкого неметаллического наноразмерного наполнителя с  
органической матрицей»  
(Заключительный)

Зав.кафедрой

\_\_\_\_\_  
(подпись, дата)

В.Н. Рычков

Научный руководитель

\_\_\_\_\_  
(подпись, дата)

А.Р. Бекетов

Исполнитель

\_\_\_\_\_  
(подпись, дата)

А.И. Ягупов

Екатеринбург 2013

## Реферат

1. ФИО автора (ов): на русском и английском языках.

Ягупов Александр Иванович

Yagupov Alexander Ivanovich

2. Аннотация:

В ходе работы впервые выполнены комплексные исследования агломерационной и седиментационной устойчивости системы «нитрид алюминия – органическая среда», в которых изучено взаимодействие частиц нитрида алюминия, полученного газофазным способом, с водными и органическими средами, определены знак и заряд поверхности частиц нитрида алюминия в различных средах и разработана структурная модель поверхности частиц нитрида алюминия.

По результатам исследований определены оптимальные технологические параметры технологии пропитки статоров асинхронных электродвигателей пропиточным составом на основе кремнийорганического лака наполненного AlN и изготовлена опытная партия асинхронных электродвигателей с новой изоляцией.

During the first complex studies of agglomeration and sedimentation stability of the " aluminum nitride - organic medium ", which studied the interaction of the particles of aluminum nitride obtained by gas-phase process , with water and organic media , identifies the sign and the surface charge of particles of aluminum nitride in different environments and developed a structural model of the surface of the particles of aluminum nitride .

According to the research , optimal process parameters impregnation technology stator induction motors impregnating composition based on AlN filled silicone varnish and experimental batch of asynchronous electric motors with new insulation.

3. Ключевые слова: на русском и английском языках.

Нитрид алюминия, композиционный материал, асинхронный электродвигатель.

Aluminum nitride, composite material, asynchronous motor.

4. Тема отчета: на русском и английском языках (желательно).

«Исследование совместимости тугоплавкого неметаллического наноразмерного наполнителя с органической матрицей»

«Studies on compatibility of refractory non-metallic nano-sized filler with the organic matrix»

## Содержание

Реферат.....	2
Содержание.....	3
Обозначения и сокращения.....	4
Введение .....	5
Основная часть .....	6
1 Устойчивость системы «нитрид алюминия – раствор электроизоляционного лака» .....	6
1.1 Современные представления об устойчивости системы «керамический модификатор – органическое связующее» .....	6
1.2 Исследование величины и знака заряда.....	12
1.3 Влияние технологических факторов на устойчивость дисперсной системы «нитрид алюминия – раствор электроизоляционного лака» .....	20
Заключение .....	24
Список использованных источников .....	25
Приложения.....	28

## **Обозначения и сокращения**

Об.% – процент объема;

AlN – нитрид алюминия;

Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> – оксид алюминия;

ξ-потенциал – электрокинетический потенциал;

ИК-спектр – инфракрасный спектр;

ПАВ – поверхностно активное вещество.

## **Введение**

Нитрид алюминия, полученный газофазным способом, имеет определенные преимущества, что позволяет предлагать данный метод получения как перспективный для промышленного использования. Нет сомнений, что метод получения во многом определяет свойства продукта. Отсюда, без комплексного всестороннего исследования композиционного электроизоляционного материала, где в качестве модификатора выступает нитрид алюминия, полученный газофазным способом нельзя прогнозировать практическое использование композита в асинхронных двигателях.

Одним из первых вопросов для исследований является взаимодействие модификатора с раствором электроизоляционного лака, так как этим определяются условия пропитки статора и капсулирования лобовых частей электродвигателя. Это взаимодействие зависит от характеристик твердой и органической фаз и возможности внешнего воздействия для стабилизации пропиточного раствора.

## **Основная часть**

### **1 Устойчивость системы «нитрид алюминия – раствор электроизоляционного лака»**

#### **1.1 Современные представления об устойчивости системы «керамический модификатор – органическое связующее»**

Устойчивость дисперсных систем характеризуется постоянством дисперсности (распределения частиц по размерам) и концентрации дисперсной фазы (числом частиц в единице объема). Наиболее сложна в теоретическом аспекте и важна в практическом отношении проблема устойчивости аэрозолей и жидких лиофобных дисперсных систем. Различают седиментационную устойчивость и устойчивость к коагуляции (агрегативную устойчивость). Седиментационно устойчивые системы подразделяются на: коллоидные системы с газовой и жидкой дисперсионной средой, в которых броуновское движение частиц препятствует оседанию, грубодисперсные системы с одинаковой плотностью составляющих их фаз и системы скоростью седиментации в которых можно пренебречь из-за высокой вязкости среды. В агрегативно-устойчивых дисперсных системах непосредственные контакты между частицами не возникают, частицы сохраняют свою индивидуальность. При нарушении агрегативной устойчивости дисперсной системы частицы, сближаясь в процессе броуновского движения, соединяются необратимо, и скорость агрегации становится значительно больше скорости дезагрегации. Между твердыми частицами возникают непосредственные точечные ("атомные") контакты, которые затем могут превратиться в фазовые (когезионные) контакты, что приводит к сокращению суммарной площади межфазной поверхности. Для таких систем потеря агрегативной устойчивости означает также потерю седиментационной устойчивости. Агрегативная устойчивость и длительное существование лиофобных дисперсных систем с сохранением их свойств обеспечивается стабилизацией. Для высокодисперсных систем с жидкой дисперсионной средой используют введение веществ-стабилизаторов (электролитов, поверхностно-активных веществ (ПАВ), полимеров). В теории устойчивости Дерягина-Ландау-Фервея-Овербека (теории ДЛФО) основная роль отводится ионно-электростатическому фактору стабилизации. Стабилизация обеспечивается электростатическим отталкиванием диффузных частей двойного электрического слоя, который образуется при адсорбции ионов электролита на поверхности частиц. При некотором расстоянии между частицами отталкивание диффузных слоев обуславливает наличие минимума на потенциальной кривой (дальний, или вторичный, минимум, см. рисунок 1). Хотя этот минимум относительно неглубок, он может препятствовать дальнейшему сближению частиц, притягиваемых силами межмолекулярного взаимодействия. Ближний, или первичный, минимум соответствует прочному сцеплению частиц, при котором энергии теплового движения недостаточно для их разъединения. Сближаясь на расстояние, отвечающее этому минимуму, частицы объединяются в агрегаты, образование которых ведет к потере системой агрегативной устойчивости. При этом устойчивость системы к коагуляции определяется высотой энергетического барьера.

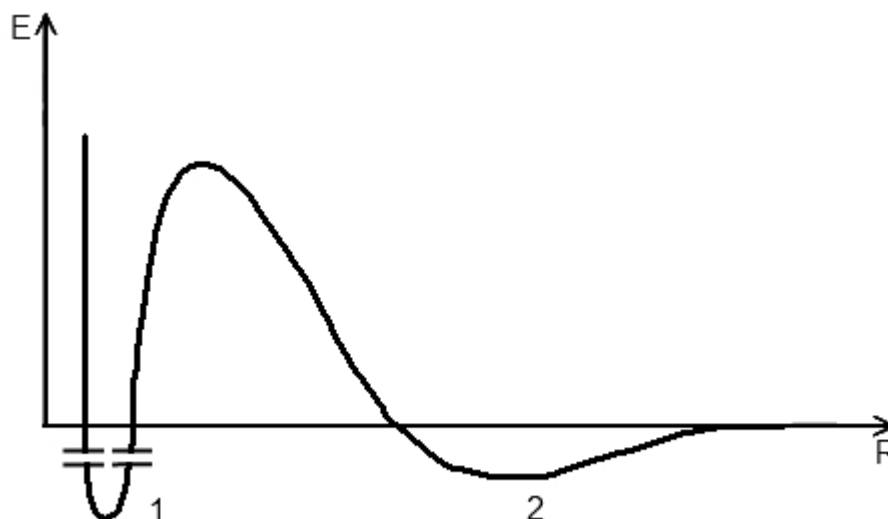


Рисунок 1 – Зависимость энергии взаимодействия  $E$  между частицами от расстояния  $R$ : 1 и 2 – ближний и дальний минимумы соответственно

При введении в дисперсные системы в качестве стабилизатора ПАВ, фактором стабилизации может быть «термодинамическая упругость» пленок среды, разделяющих частицы. Стабилизация обеспечивается тем, что при сближении частиц, происходит растяжение и утончение разделяющей их прослойки, содержащей ПАВ, и, как следствие, нарушение адсорбционного равновесия. Восстановление этого равновесия и приводит к повышению устойчивости прослойки среды, разделяющей частицы. Гидродинамическое сопротивление вытеснению жидкой дисперсионной среды из прослойки между сближающимися частицами – один из кинетических факторов стабилизации дисперсных систем. Он особенно эффективен в системах с высоковязкой дисперсионной средой, а при застекловывании последней делает систему неограниченно устойчивой к агрегации частиц и коалесценции. Структурно-механический фактор стабилизации, по П.А. Ребиндеру, возникает при образовании на межфазной границе полимолекулярных защитных слоев из мицеллообразующих ПАВ, высокомолекулярных соединений, а иногда и тонких сплошных или дискретных фазовых пленок. Межфазный защитный слой должен обладать способностью сопротивляться деформациям и разрушению, достаточной подвижностью для "залечивания" возникших в нем дефектов и, что особенно важно, быть лиофилизированным с внешней стороны, обращенной в сторону дисперсионной среды. Если защитный слой недостаточно лиофилен, он, предохраняя частицы от коалесценции, не сможет предотвратить коагуляции. Структурно-механический барьер является, по существу, комплексным фактором стабилизации, который включает термодинамические, кинетические и структурные составляющие. Он универсален и способен обеспечить высокую агрегативную устойчивость любых дисперсных систем с жидкой дисперсионной средой, в том числе высококонцентрированных, наиболее важных в практическом отношении. Основные свойства

дисперсных систем определяются поверхностными явлениями: адсорбцией, образованием двойного электрического слоя и обусловленных им электрокинетических явлений, контактными взаимодействиями частиц дисперсной фазы. Размер частиц определяет молекулярно-кинетические свойства (диффузия, термофорез, осмос и др.).

В основе изучения структурообразования в дисперсных системах лежат реологические исследования: вискозиметрия, непосредственное определение сил взаимодействия между частицами при образовании коагуляционных и конденсационно-кристаллизационных структур, исследования электрокинетических явлений, электрокапиллярных явлений и ионного обмена, изучение влияния двойного электрического слоя и его изменения, при введении электролитов, на скорость электрофореза, значения токов и потенциалов течения дисперсионной среды и седиментации дисперсной фазы.

Когда керамические частицы диспергируются в органической фазе (органических растворителях), то возможно образование двух типов систем: «частица – растворитель» и «частица – поверхностно-активное вещество – растворитель». Если есть свобода выбора растворителя для специфического керамического наполнителя, то ПАВ часто не требуется. Однако если используется определенный растворитель, в котором слабо диспергируется наполнитель, то применение ПАВ очень часто становится необходимостью.

Поверхностно-активное вещество состоит из двух частей: имеется полярная или гидрофильная часть, которая растворяется в воде, но не в органической фазе, и неполярная или гидрофобная часть, которая обеспечивает устойчивость по отношению к воде. Если концентрация ПАВ выше определенной величины, то его молекулы имеют тенденцию к агрегации в сферические мицеллы небольшого размера или к образованию двойного слоя для того, чтобы соответствующим образом расположить полярные и неполярные составляющие ПАВ, как это приведено на рисунке 2.

Когда ПАВ адсорбируется на поверхности частицы, оно может изменять полярность поверхности частицы и сделать суспензию стабильной. Например, неполярные частицы в воде могут агрегатироваться, чтобы уменьшить межфазную энергию на границе «жидкость – твердая фаза». Однако, определенное количество ПАВ растворенного в воде будет адсорбироваться на поверхности частицы его неполярной составляющей и, соответственно, полярной составляющей располагаться к воде. Это будет обеспечивать гидрофобность и дополнительное электростатическое отталкивание, что стабилизирует суспензию. Тот же самый эффект возможен в безводных жидкостях с полярными частицами. Заряженные частицы образуют нестабильные суспензии в неполярных растворителях из-за их лиофильности. Адсорбция поверхностно-активного вещества изменяет лиофильность поверхности частиц, таким образом, стабилизируя суспензию.



Для эффективного диспергирования и образования суспензии необходима оптимальная концентрация ПАВ, чтобы образовать монослой на поверхности частицы. При больших концентрациях возможно образование второго слоя с противоположной ориентацией молекул ПАВ. Например, если первый монослой образован на полярной поверхности частицы с полярной составляющей ПАВ и неполярной составляющей наружу, то второй слой имеет обратное строение, что делает поверхность лиофильной. Другой эффект избытка ПАВ заключается в том, что вполне вероятно повышение вязкости раствора. Следовательно, чтобы достичь стабилизации высококонцентрированных суспензий, очень важно покрыть оптимальным количеством ПАВ поверхность частицы твердой фазы.

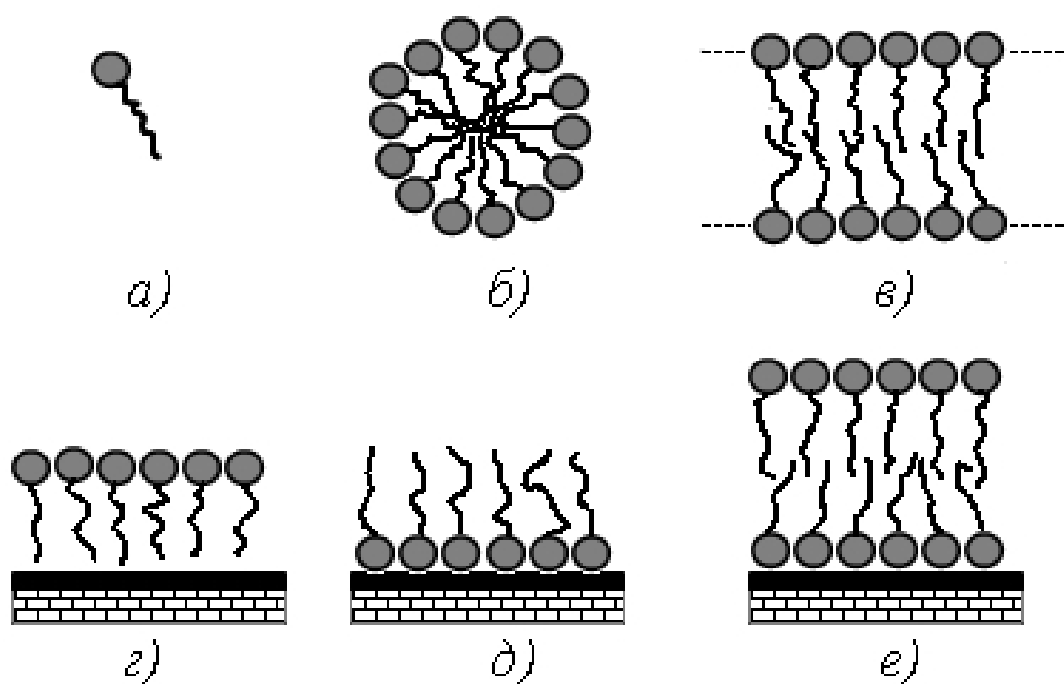


Рисунок 2 – Механизмы действия ПАВ.

Молекулы поверхностно-активных веществ имеют полярную часть («голова») и неполярную часть («хвост») (а). В растворе молекулы ПАВ агрегируют в виде мицеллы (б) или двойного слоя (в). Адсорбция молекул ПАВ показана на неполярной поверхности частиц (г) и на полярной поверхности (д). При высоких концентрациях второй слой может образовываться сверху первого монослоя (е)

Электростатические силы в полярных средах возникают за счет ионизации гидроксильных группировок на поверхности частиц или ионизации ПАВ. Этот процесс ионизации в неполярных системах затруднен, по сравнению с полярными. В неполярных системах (обычно диэлектрическая константа менее 10) механизм электростатической стабилизации менее важен, чем стерическая стабилизация. В этом случае стерический эффект определяется адсорбцией полимерных молекул. Поэтому весьма важно знать адсорбируются или нет полимерные молекулы, что зависит от растворимости полимера в органическом растворителе. В работе [1] показано, что

для умеренной растворимости ПАВ в растворителях адсорбция ПАВ на поверхности частицы более эффективна, чем для растворителя.

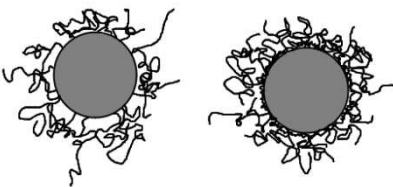
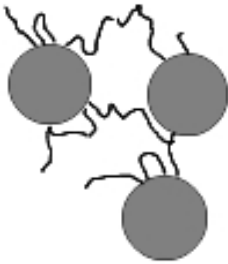
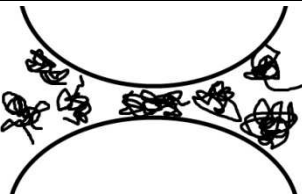
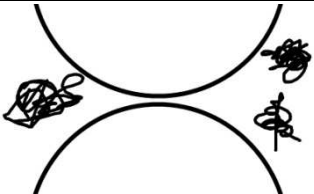
Адсорбированные слои должны иметь достаточную толщину и плотность, чтобы обеспечить взаимное отталкивание частиц, как показано в таблице 1. Эти полимеры должны также образовывать стабильные связи с гидроксильными группами на поверхности частиц против окружения молекул растворителя.

Другой возможный эффект при адсорбции высокомолекулярного полимера – одна полимерная частица может быть адсорбирована на более чем одной керамической частице. Этот эффект, известный как мостиковая флокуляция, дестабилизирует суспензию. Эмпирические результаты показывают [2], что средний молекулярный вес ПАВ, дающий хороший эффект, обычно находится в ряду от 1000 до 10000 а.е.м.

Когда полимер не адсорбируется на поверхности частиц, то при сближении поверхностей частиц происходят два эффекта. С одной стороны полимерная связь между частицами должна поместиться в меньшем объеме, что снижает величину энтропии конфигурации и таким образом повышает свободную энергию: этот результат ведет к возникновению силы отталкивания между частицами. С другой стороны, чем больше полимерных связей вне зоны сближения частиц, тем в большей степени имеет место различие в осмотическом давлении, которое ведет к появлению благоприятных сил связи между частицами.

Электростерическая стабилизация, есть комбинация электростатической и стерической стабилизаций (рисунок 3). Как электростатические, так и стерические причины в водных или неводных растворах могут приводить к стабилизации суспензии. Заряд может возникнуть на поверхности частицы за счет адсорбции ПАВ на частицах.

Таблица 1 – Диаграммы, показывающие силы, возникающие между частицами в присутствии полимеров

	Отталкивание	Приближение
Адсорбированный полимер	 <p>Стерическая стабилизация</p>	 <p>Мостиковая флокуляция</p>
Неадсорбированный полимер	 <p>Уменьшение стабилизации</p>	 <p>Уменьшение флокуляции</p>

Многие авторы [3 – 8] отмечают, что электростатические силы важны для стабилизации суспензии в неводных растворах. Например, в работах [7, 8] комбинация стерических и электростатических сил более эффективна для стабилизации BaTiO<sub>3</sub> в азеотропных растворителях, чем каждая в отдельности. Как доказательство, авторы использовали дзета-потенциал и данные по вязкости. Дзета-потенциал увеличивается по мере роста концентрации фосфорного эфира в растворе. При максимальных значениях дзета-потенциала достигается минимум вязкости суспензии. Ванг [6] получил подобные результаты с суспензией оксида алюминия в этаноле. Изoeлектрическая точка Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> в этаноле pH = 7,1 и заряд поверхности Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> определяется кислотностью этанола. В работе Ванга отмечается, что величина pH, определяемая в водном растворе, может быть использована при анализе неводных растворов, таким образом, теоретические предпосылки для водных систем могут быть применены и для неводных растворов. Частицы Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> стабилизируются электростатическими силами в этаноле, так же как и в воде. Много работ выполнено для слабополярных сред, таких как спирт или спиртово-кетонные смеси. Но важность электростатических сил отталкивания в неполярных ( $\epsilon < 10$ ) системах все еще под сомнением, хотя в [9] авторы показали высокий позитивный дзета-потенциал керамического порошка с высокой диэлектрической константой, диспергированного в эпоксидной смоле.

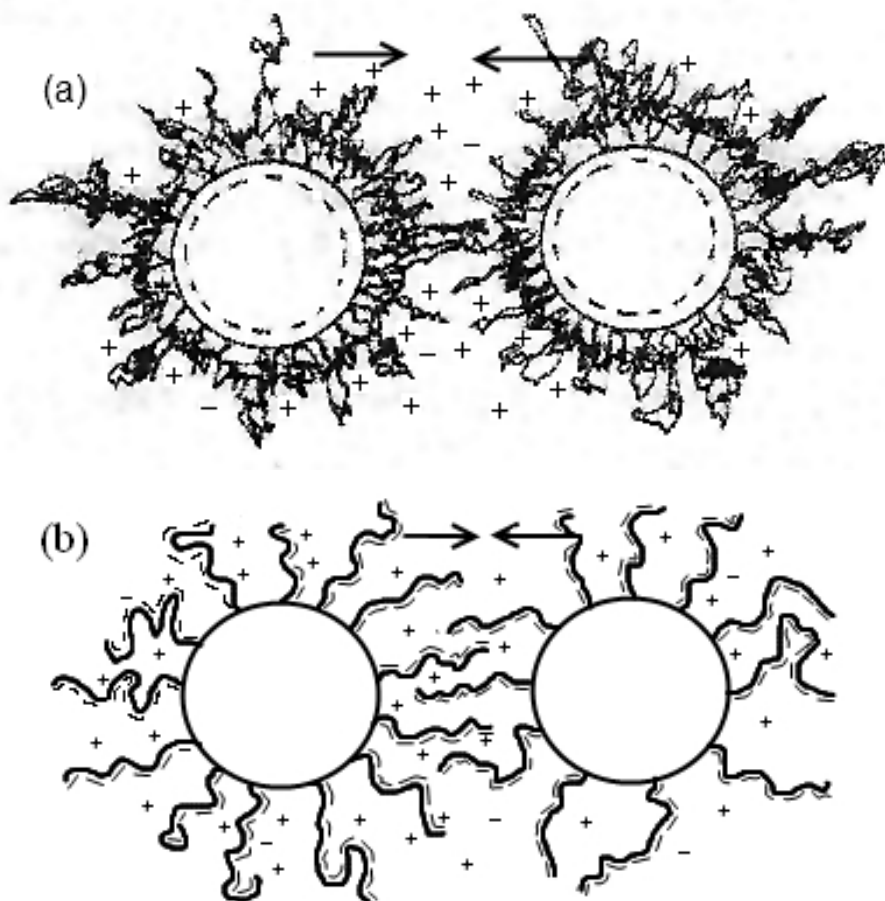


Рисунок 3 – Схематическое представление электростерической стабилизации:  
 (a) – источники заряда, образующиеся между полярными частицами с неионизированным полимером; (b) – источники заряда, возникающие в полиэлектролите

## 1.2 Исследование величины и знака заряда

В технологической практике дисперсный нитрид алюминия интенсивно взаимодействует с парами воды и другими компонентами атмосферной среды. Вода, в качестве примеси, также может присутствовать в органической фазе. С этим связан выбор среды для определения электрокинетических параметров частиц AlN.

В работе проводилось изучение электрокинетических свойств порошка AlN в водных средах с различным значением pH и определялся характер взаимодействий в системе «фаза нитрида алюминия – вода».

Результаты определения электрокинетического потенциала ( $\xi$ ) порошка нитрида алюминия в водных растворах с различным значением pH среды приведены в таблице 2.

Таблица 2 – Значения  $\xi$ -потенциала AlN в водном растворе с различным значением pH среды

pH среды	4,76	5,81	9,16	10,65	12,19
$\xi$ , мВ	139	111	121	127	137

Расчет электрокинетического потенциала проводился с учетом масштабного фактора с поправкой на связанный с ним эффект электрофоретического торможения согласно работе [10]. Полученные результаты показывают, что частицы нитрида алюминия во всем исследованном интервале pH заряжены положительно. При этом зависимость величины  $\xi$ -потенциала от реакции среды можно объяснить проявлением поверхностной активности AlN в водных средах.

Зависимость электрокинетического потенциала  $\xi$  нитрида алюминия в водном растворе от его молярной концентрации приведена в таблице 3.

Таблица 3 – Значения  $\xi$  потенциала AlN в водном растворе с различным значением его молярной концентрации

C, моль/л	0,027	0,035	0,07	0,10	0,17
$\xi$ , мВ	111,2	86,0	69,3	64,6	46,9

Как видно из таблицы 3, электрокинетический потенциал частиц нитрида алюминия с увеличением их содержания в системе монотонно снижается. Это, с одной стороны, связано со сжатием двойного электрического слоя за счет уменьшения его диффузной части, а с другой – с возможным агрегатированием частиц при концентрировании дисперсной фазы. Как отмечалось в работе [11], агрегатирование, несмотря на значительную величину электрокинетического потенциала в дисперсных системах, происходит в результате точечных контактов между частицами по наименее полярным участкам, из-за неоднородности поверхности частиц и связанной с этим дискретностью двойных электрических слоев.

Для определения строения поверхностных слоев нитрида алюминия проанализировали результаты инфракрасной спектроскопии исследуемых порошков в водном растворе при различных значениях pH (рисунок 4) и в органической среде (рисунок 5).

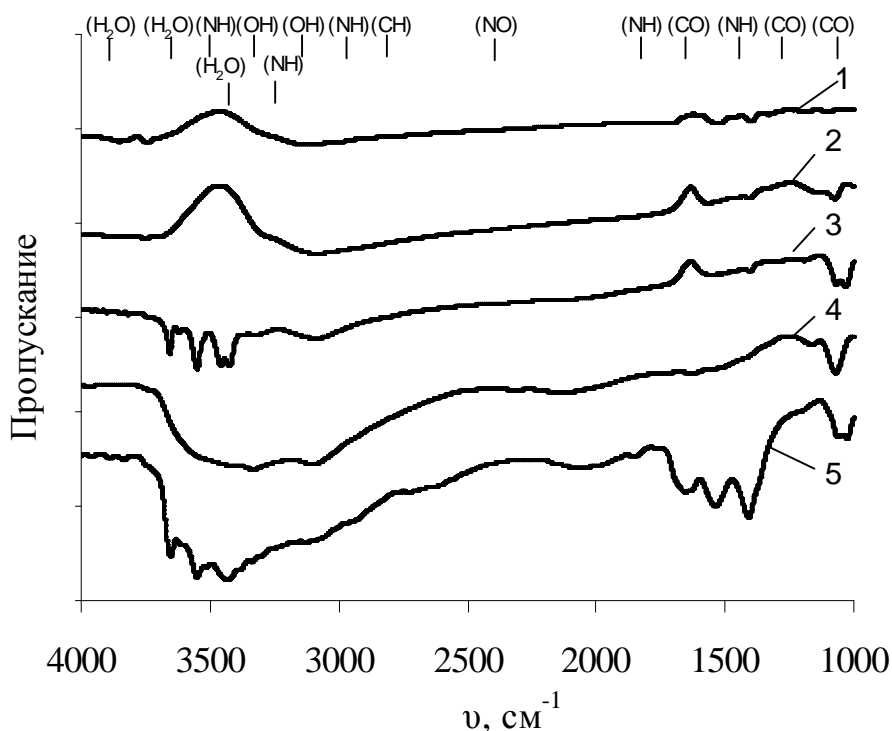


Рисунок 4 – Инфракрасные спектры нитрида алюминия после выдержки в водных средах с различным значением pH:

1 - исходный AlN; 2 – pH = 2,38; 3 – pH = 4,76; 4 – pH = 9,16; 5 – pH = 12,19

Учитывая опубликованные данные [12 – 17] по ИК-спектрам образцов AlN, можно проанализировать результаты ИК-спектроскопии исследуемых порошков в водном растворе при различных значениях pH представленные на рисунке 4. Видно, что наблюдаются две группы полос при  $\nu > 3200 \text{ см}^{-1}$ . Более высокие частоты ( $3780\text{--}3730 \text{ см}^{-1}$ ) характерны для гамма- $\text{Al}_2\text{O}_3$  [13] и соответствуют колебаниям связей O–H на его поверхности. При  $3205 \text{ см}^{-1}$  проявляется характеристичная вибрация N–H в NH или  $\text{NH}_2$  группах, наблюдаемых на поверхности нитридов [12]. Несколько полос в интервале  $1200\text{--}1600 \text{ см}^{-1}$  относятся к обертонам или их комбинациям.

Обычно полосы N–H связи в аммиаке накладываются на водородные связи в NH–O или в гидратироксильной группе на поверхности частиц [14]. К сожалению, частота колебания связи N–H совпадает с частотой O–H связи в молекуле воды  $3300\text{--}3200 \text{ см}^{-1}$ . Кроме того, частоты деформационных колебаний связей в  $\text{NH}_3$  и OH также близки и составляют  $1620\text{--}1630 \text{ см}^{-1}$ .

Две полосы на частотах  $1534$  и  $1390 \text{ см}^{-1}$  соответствуют связи C–O, что отражает адсорбцию  $\text{CO}_3^{2-}$  на поверхности [15]. Аналогичное наблюдалось для других порошков AlN, только отмечалось отсутствие полосы  $1543 \text{ см}^{-1}$ . По другим данным [16, 17], это соответствует деформационным колебаниям связям  $\text{NH}_2$  в поверхностно-активной группе Al– $\text{NH}_2$ .

Обращает на себя внимание значительное усиление колебаний связи N–H на частоте 3500  $\text{см}^{-1}$  при  $\text{pH} = 4,76$ . усиление деформационных колебаний этой связи на частоте 1500  $\text{см}^{-1}$  при  $\text{pH} = 12,19$ . Практически для всех образцов идентифицируются полосы колебаний связи C–O, фиксирующие присутствие карбонатов на поверхности нитрида алюминия.

Анализ инфракрасных спектров нитрида алюминия в органической фазе свидетельствует о слабой адсорбции молекул растворителя на поверхности порошка.

Частицы порошка AlN в водной среде на своей поверхности имеют слой продуктов гидролиза в виде  $\text{AlO}(\text{OH})$ ,  $\text{Al}(\text{OH})_3$  [20]. Обладая высокой сорбционной активностью и сродством к  $\text{H}^+$  и  $\text{OH}^-$ , они способны также к ионизации, механизм которой зависит от  $\text{pH}$  среды. Именно они, а также атомы алюминия, согласно правилу Фаянса-Панета, будут играть роль потенциалопределяющих ионов в этой дисперсной системе.

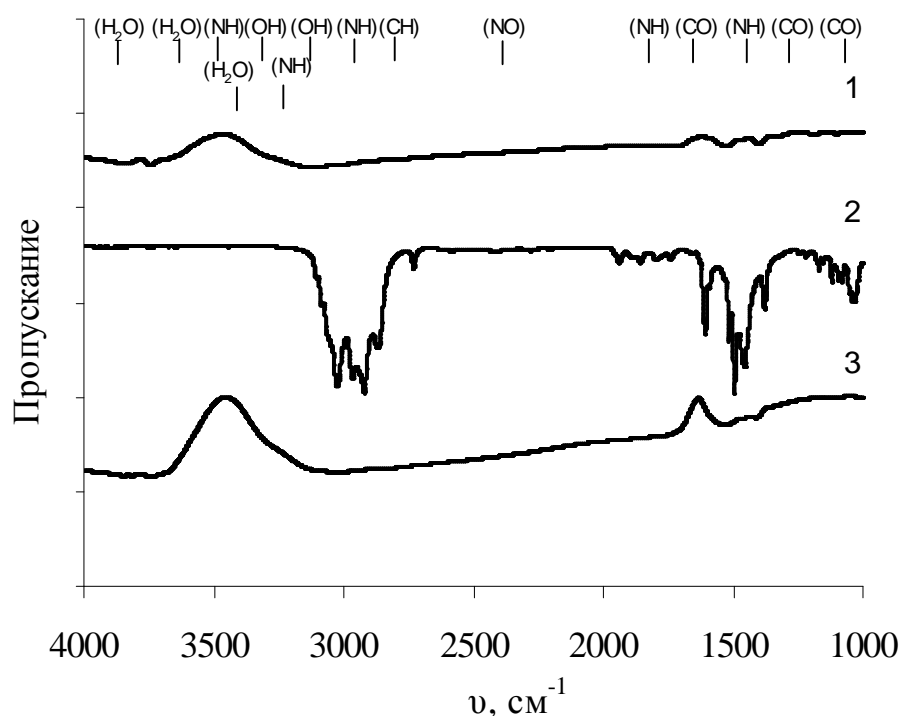


Рисунок 5 – Инфракрасные спектры нитрида алюминия после выдержки в растворителе (ксилол):  
1 – AlN, 2 – ксилол, 3 – AlN + ксилол

В каждом конкретном случае состав и состояние поверхности – это результат условий получения материала и его взаимодействия с дисперсионной средой, а структура двойного электрического слоя является результатом различных адсорбционных и ионизационных процессов. Как следует из результатов работы [12], по данным фотоэлектронной спектроскопии поверхность AlN имеет сложный атомарный состав. Основываясь на полученных в работе [12] результатах и проведенных в настоящей работе исследованиях электрокинетических

характеристик и ИК-спектров, была предложена модель структуры поверхности частиц AlN, ее димерная структура в общем виде приведена на рисунке 6.

Поверхность эта имеет сложный ионный состав. Положительный заряд частиц порошка AlN во всем диапазоне pH позволяет предположить, что функцию потенциалопределяющих ионов выполняют ионы алюминия.

Учитывая, что оксид алюминия ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ) является примесью и может присутствовать в материале в виде отдельной фазы, были определены электрокинетические характеристики оксида алюминия с целью прогнозирования его поведения (таблицы 4, 7). Одновременно необходимо учитывать, что для  $\text{Al}_2\text{O}_3$  известны физические константы, необходимые для расчета склонности керамических частиц к агрегации.

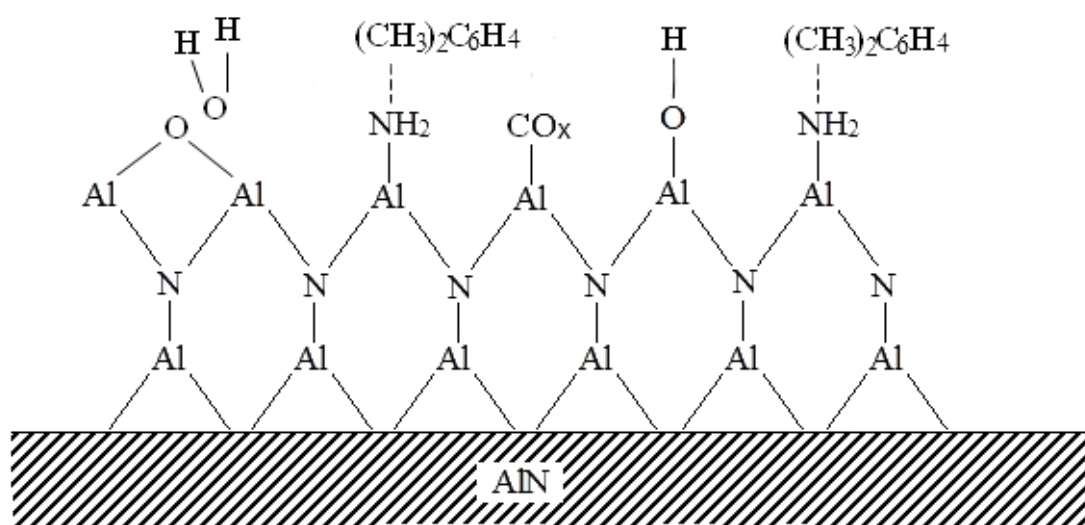


Рисунок 6 – Двумерная схема, отражающая поверхностную структуру частиц нитрида алюминия

Таблица 4 - Значения  $\xi$ -потенциала  $\text{Al}_2\text{O}_3$  в водном растворе с различным значением pH среды

pH	0,2	5,1	6,3	7,8	8,6	12,2
$\xi$ , мВ	70	7	-33	-57	-91	-173

Как видно из таблицы 4, увеличение pH раствора ведет к изменению знака заряда поверхности частиц  $\text{Al}_2\text{O}_3$ . Изoeлектрическая точка близка к  $\text{pH} = 5,5$ , что практически соответствует значению, найденному в работах [19, 20] для грубодисперсных порошков оксида алюминия.

Известно, что классическая теория Смолуховского не учитывает масштабный фактор и связанные с ним эффекты электрофоретического торможения и электрической релаксации [18]. Оба явления проявляются для малоразмерных частиц и вызваны тем, что частица из-за протяженной диффузной части двойного электрического слоя подобна многозарядному иону.

Поправка на электрофоретическое торможение при изменении электролитного состава среды и связанной с этим толщины диффузной части двойного электрического слоя для промежуточных значений  $\chi r$  в работе обеспечивались путем расчета электрофоретической подвижности частиц по уравнению Генри [10]:

$$U_{\text{эф}} = \frac{2\varepsilon\varepsilon_0\xi}{3\eta} \cdot f(\chi r), \quad (1)$$

где  $\eta$  – вязкость среды;

$\varepsilon$  – диэлектрическая постоянная;

$\xi$  – электрокинетический потенциал;

$f$  – поправочный коэффициент, учитывающий радиус частиц  $r$  и параметр Дебая  $\chi$ , включающий ионную силу раствора.

Коэффициент  $\frac{2}{3}$  в уравнении учитывает электрофоретическое торможение, т.е. гидродинамическую силу, тормозящую перемещение частицы из-за влияния противоположно направленного движения диффузных противоионов. Значения коэффициента  $f$  как функции  $\chi r$  для частиц сферической формы приведены в [21].

Влиянием электрической релаксации в системе, вызванной нарушением симметрии электрического слоя частиц по [20] для  $\chi r \gg 1$  и  $\chi r \ll 1$  пренебрегалось.

Полученные результаты объясняются преобладающим влиянием и сильной специфической адсорбцией  $\text{H}^+$  и  $\text{OH}^-$ -ионов на поверхности частиц оксида алюминия. Относительно высокие значения  $\xi$  – потенциала свидетельствуют об агрегативной устойчивости системы, что определяется вкладом сил электростатического отталкивания. Можно утверждать, что в исследуемой системе образование двойного электрического слоя происходит по адсорбционному механизму. При этом функцию потенциалопределяющих ионов, образующих внутреннюю обкладку и формирующих тем самым межфазный потенциал, выполняют в основном катионы водорода и гидроксил-ионы. Это тем более вероятно, что поверхность частиц  $\text{Al}_2\text{O}_3$  имеет высокое сродство к указанным выше ионам. При этом адсорбционные процессы можно разделить на адсорбцию из раствора в поверхностный слой на границу с твердой фазой и установление адсорбционного равновесия в процессе диссоциации активных поверхностных групп. Аналогичной точки зрения придерживается Чиганова [11], получившая близкие результаты, исследуя гидрозоли  $\text{Al}_2\text{O}_3$ , средний размер частиц дисперсной фазы которых, синтезированных ударно-волновым нагружением алюминиевой пудры в воздушной атмосфере взрывной камеры, составил 35 нм. Более низкие по своей абсолютной величине значения электрокинетического потенциала в [11], по сравнению с полученными в настоящей работе, объясняются сравнительно



низкой степенью гидроксирования поверхности  $\text{Al}_2\text{O}_3$  при взрывном синтезе из-за пониженной дефектности кристаллической структуры оксида алюминия. В общем случае уже на воздухе при комнатной температуре на поверхности порошкообразного оксида алюминия адсорбируется пленка воды толщиной до двадцати молекулярных слоев [19, 20], первый слой из которых представляет гидратированную группу.

Одним из первых теоретических исследований поверхности оксида алюминия была работа Егорова [11], в которой было проведено кристаллохимическое исследование поверхностного слоя. Им было впервые предложено строение фрагментов поверхности алюминия трех различных типов. Однако они не были идентифицированы данными спектральных исследований.

В модели Peri [22, 23] рассматривалась грань (100) идеального кристалла с плотнейшей кубической упаковкой. Основное допущение, сделанное Peri, заключается в том, что все гидроксилы на данной поверхности амфотерны, т.е. способны к взаимодействию с любым соседним гидроксидом. На модели дегидроксированной случайным образом поверхности оксида алюминия Peri выделил пять видов гидроксильных групп (таблица 5). Отличительным признаком OH-группы по модели Peri является количество ионов кислорода в ее окружении (от 0 до 4).

Таблица 5 – Интерпретация OH-групп оксида алюминия по модели Peri

Обозначение	Волновое число, $\text{см}^{-1}$	Количество ионов кислорода в окружении OH-группы
A	3800	4
B	3744	2
C	3700	0
D	3780	3
E	3733	1

Однако модель Peri содержит ряд противоречий. Спорен постулат о возможности случайной рекомбинации гидроксидов с образованием воды; в ИК-спектрах оксида алюминия содержатся полосы поглощения с волновым числом меньше  $3700 \text{ см}^{-1}$ , не учитываемые в модели.

Morterra [24] предположил, что основное влияние на частотные характеристики оказывает не количество близлежащих ионов кислорода, а скорее число ионов трехвалентного алюминия.

Кнозингер и Рантасвей [25] на основании изучения инфракрасных спектров высказали предположение о том, что различные модификационные формы оксида алюминия являются определяющими для возникновения гидратированных групп на его поверхности. Так, для  $\eta\text{-Al}_2\text{O}_3$  гидратированные группы концентрируются на поверхности грани (111), в то время как для  $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$  такой поверхностью является (100). Свойства указанных гидроксильных групп Кнозингер и Рантасвей связывают с их электростатическим зарядом, определяемым количеством и

координацией катионов алюминия, с которыми связана ОН-группа. В таблице 6 приведена интерпретация полос поглощения по данным ИК-спектроскопии.

Таблица 6 – Интерпретация полос поглощения гидроксильных групп поверхности оксида алюминия на модели Кнозингера и Рантасея [25]

Конфигурация	Координационное число катиона		Величина заряда		Волновое число, $\text{см}^{-1}$
	Al (6)	Al (4)	O	OH	
III	3	–	–0,5	+0,5	3700 - 3710
II a	1	1	–0,75	+0,25	3730 - 3735
II b	2	–	–1,0	0	3740 - 3745
I a	–	1	–1,25	–0,25	3760 - 3780
I b	1	–	–1,5	–0,5	3780 - 3800

Авторы модели признают, что приведенные активные центры не исчерпывают всех возможных вариантов. Основные положения рассматриваемой модели полезны для выяснения механизмов процессов, происходящих на поверхности алюминия.

При соприкосновении поверхности  $\text{Al}_2\text{O}_3$  с раствором на границе раздела фаз возникает двойной электрический слой [26], полное падение потенциала  $E$  в котором относительно потенциала соответствующего электрода сравнения  $E^0$ , равно

$$E = E_{\text{окс}} + E_{\Gamma} + E_{\text{эл}} + E^0, \quad (2)$$

где  $E_{\text{окс}}$  – величина потенциала в объемной зоне оксида;

$E_{\Gamma}$ ,  $E_{\text{эл}}$  – падения потенциалов соответственно в слое Гельмгольца и в электролите;

$E^0$  – величина потенциала электрода сравнения.

По обе стороны от границы раздела фаз возникают области объемного заряда. Эквивалентная схема границы раздела фаз представляет собой три включенных последовательно конденсатора. Образование объемного заряда в оксиде алюминия при его контакте с электролитом происходит за счет внедрения протонов или гидроксильных групп в твердую фазу. Межфазный скачок потенциала при этом сосредоточен почти целиком в твердой фазе, а вклад в него слоя Гельмгольца обычно пренебрежимо мал [27].

Из всего рассмотренного следует, что на поведение гидрозоля оксида алюминия и его электрокинетические свойства превалирующее влияние оказывает pH системы. На рисунках 7-8 приведены ИК-спектры порошков  $\text{Al}_2\text{O}_3$ , в том числе в контакте с водным раствором, имеющим различные значения pH.

Экспериментальные данные по зависимости электрокинетического потенциала от концентрации частиц оксида алюминия представлены в таблице 7.

Таблица 7 – Значения электрокинетического потенциала  $\text{Al}_2\text{O}_3$  в водном растворе в зависимости от концентрации

С, моль/л	0,007	0,014	0,028	0,03	0,032	0,045	0,047	0,05	0,075
$\xi$ , мВ	-200	-145	-25	0	15	62	67	66	58

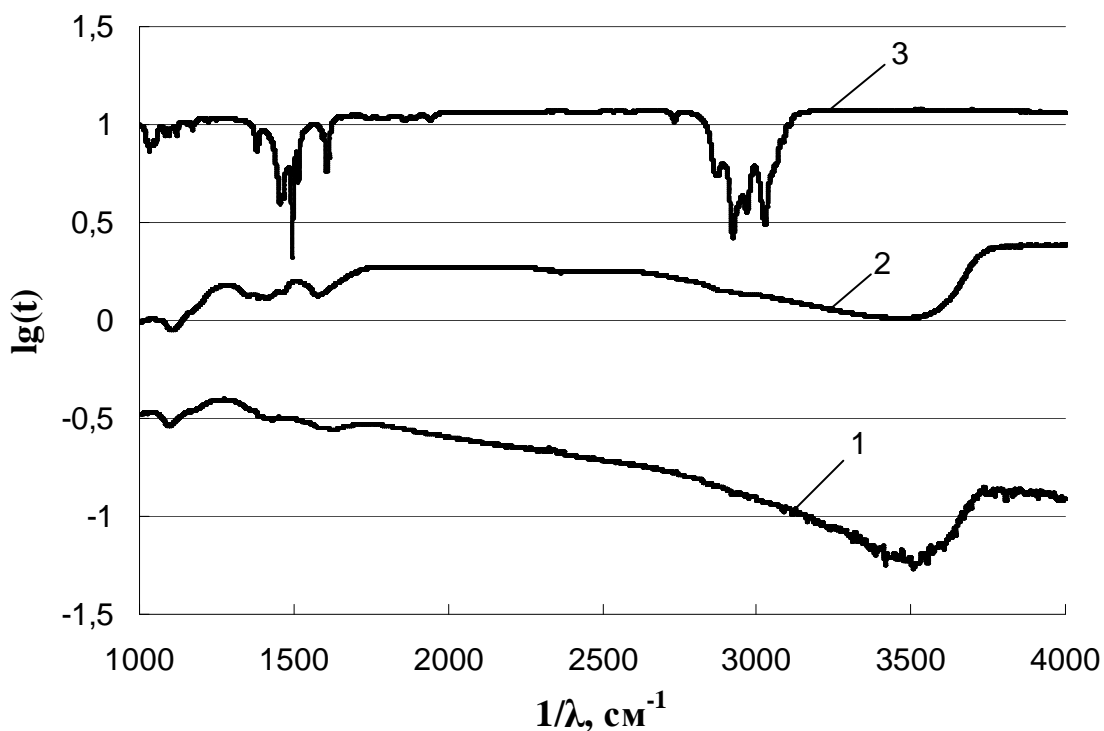


Рисунок 7 – Инфракрасные спектры оксида алюминия в органическом растворителе: 1 – оксид алюминия; 2 –  $\text{Al}_2\text{O}_3$  обработанный ксилолом; 3 – ксилол

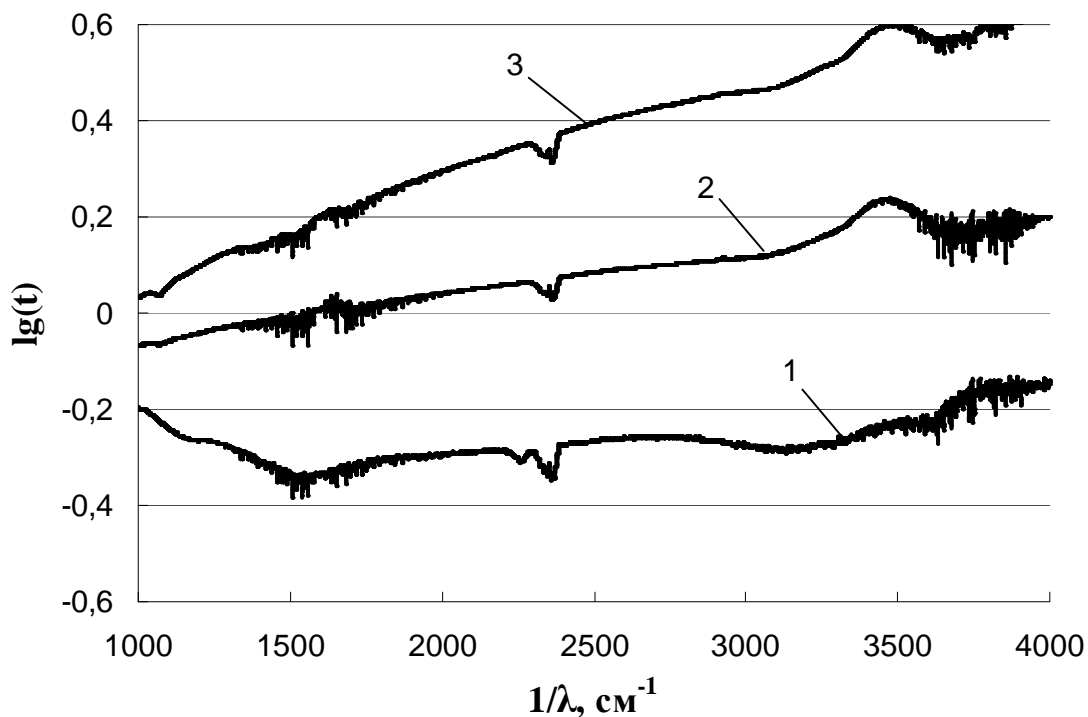


Рисунок 8 – Инфракрасные спектры оксида алюминия при различных рН водного раствора: 1 – рН = 2,38; 2 – рН = 9,16; 3 – рН = 12,19

Можно предположить, что при разбавлении всякой коллоидной системы  $\xi$ -потенциал должен возрасти, так как толщина двойного электрического слоя увеличивается в результате уменьшения концентрации противоионов в растворе. При разбавлении может также наблюдаться десорбция потенциалопределяющего иона с поверхности дисперсной фазы, что должно приводить к падению потенциала двойного электрического слоя и соответственно  $\xi$ -потенциала. Концентрирование дисперсной системы обуславливает прямо противоположное действие. В каком направлении в итоге изменяется электрокинетический потенциал при изменении концентрации дисперсной фазы, очевидно, определяется тем, влияние какого из двух факторов – утолщения (сжатия) двойного электрического слоя или десорбции (адсорбции) потенциалопределяющих ионов – в данном конкретном случае окажется сильнее. При этом значение  $\xi$ -потенциала дисперсной фазы будет тем больше, чем больше полярность растворителя, которая характеризуется его диэлектрической проницаемостью. Отметим, что для водных растворов это особенно выражено.

Следует принимать во внимание возможность образования отдельных агрегатов частиц при концентрировании дисперсий. Несмотря на наличие значительного потенциального барьера за счет сил структурного отталкивания, агрегатирование может быть объяснено неоднородностью поверхности частиц – дискретностью двойных электрических слоев [11]. Очевидные отличия поведения мелкодисперсных систем определяются возможностью быстрого ориентирования частиц в воде для контакта по наименее полярным участкам поверхности, а также точечными контактами между частицами, а не наличием межчастичных прослоек среды, как при коагуляции более крупных частиц.

### **1.3 Влияние технологических факторов на устойчивость дисперсной системы «нитрид алюминия – раствор электроизоляционного лака»**

Введение керамического модификатора в электроизоляционный лак производится в виде дисперсной системы в растворителях типа спиртов, ксилола, ацетона. Роль растворителя многоплановая: с одной стороны он должен адсорбироваться на поверхности частиц модификатора, а с другой – быть совместимым с полимерной матрицей.

Устойчивость системы «модификатор – растворитель» определяет равномерное распределение керамической добавки в полимерной матрице. Адсорбция достаточно больших по размеру органических молекул на частицах AlN вносит существенные коррективы в процессы агломерации и осаждения твердой фазы. Дополнительно следует учитывать влияние гидродинамических сил возникающих за счет механического перемешивания или воздействия ультразвуковых колебаний на процессы осаждения.

Оценка размера частиц твердой фазы, как одного из главных технологических факторов, при котором дисперсная система устойчива, является сегодня достаточно сложной задачей, так как отсутствуют необходимые данные для расчета, расчетные модели не учитывают всех особенностей изучаемой системы. Поэтому к полученным результатам следует относиться как к весьма приближенным. Однако, физическая модель взаимодействия вскрывает факторы от которых зависит устойчивость системы. В этом имеется полезность проведения расчетов для определения устойчивости дисперсной системы. Экспериментальная проверка результатов, безусловно, является необходимой.

В монографии [28] справедливо отмечается, что на адсорбционные процессы оказывает влияние не только величина поверхностного заряда, но и природа поверхностных активных групп адсорбента и соответственно природа ионогенных поверхностно-активных веществ. Отмечается, что важное значение имеет обводненность дисперсной фазы. Так, имеющие отрицательный заряд частицы  $Al_2O_3$  в спиртах приобретают положительный заряд при добавлении воды, в отличие от  $Al(OH)_3$ , частицы которого остаются положительно заряженными после добавления воды. Эти данные свидетельствуют о том, что протон является ответственным за перенос заряда между растворителем и частицей твердой фазы. Согласно правила Кёна [28], вещество с более высокой диэлектрической постоянной заряжается положительно, если оно контактирует с веществом, имеющим меньшую диэлектрическую проницаемость. Нельзя сказать, что правило не имеет исключений, тем не менее, оно отражает картину взаимодействия  $Al_2O_3$  и  $AlN$  с органическими растворителями.

Диэлектрическая постоянная и энергия водородной связи являются принципиально наиболее важными параметрами для оценки степени взаимодействия растворителя с адсорбентом [29]. Так, гексан, гептан, толуол имеют достаточно низкую энергию водородной связи. Как результат – незначительные различия в устойчивости дисперсных систем в этих растворах. Кетоны также образуют слабые водородные связи. В свою очередь, метилэтилкетон образует более прочные водородные связи и отсюда более устойчивые дисперсные системы. В результате скорость осаждения в органических средах коррелирует с величиной их диэлектрической постоянной.

Современная теория агрегативной устойчивости дисперсных систем (ДЛФО) рассматривает общую энергию взаимодействия частиц, как алгебраическую сумму энергий молекулярного притягивания и электростатического отталкивания  $U = U_{om} + U_{np}$ . Энергия молекулярного притяжения может быть рассчитана, согласно Ван-дер-Ваальсу, по формуле [30]:

$$U_{\text{пр}} = -\frac{A \cdot a}{12H}, \quad (3)$$

где  $A$  – обобщенная константа Гамакера;

$a$  – радиус частиц;

$H$  – расстояние, разделяющее поверхности частиц.

Объединённая константа Гамакера определяется как [31]:

$$A = A_{\text{ТВ}} + A_{\text{Ж}} - 2\sqrt{A_{\text{ТВ}} \cdot A_{\text{Ж}}}, \quad (4)$$

где  $A_{\text{ТВ}}$  и  $A_{\text{Ж}}$  постоянные характеризующие твердую и жидкую фазы [32];

Значение константы Гамакера для AlN не известно. Однако в первом приближении, учитывая наличие окисленного поверхностного слоя на частицах AlN можно воспользоваться значением  $A_{\text{ТВ}}$  для  $\text{Al}_2\text{O}_3$  [31]. Значение  $A_{\text{Ж}}$  рассчитывается исходя из диэлектрической постоянной органического растворителя (ксилола) по формуле [29]:

$$A_{\text{Ж}} = 113,7 \frac{(\epsilon - 1)^2}{(\epsilon + 1)^{3/2} (\epsilon + 2)^{1/2}}. \quad (5)$$

Используя эти уравнения, были рассчитаны значения  $A_{\text{ТВ}}$  и  $A_{\text{Ж}}$ . Силы отталкивания рассчитаны для среды с низкой концентрацией электролита по формуле:

$$U_{\text{ом}} = \frac{\epsilon a^2 \xi^2}{2(2a + H)}, \quad (6)$$

где  $\epsilon$  – диэлектрическая константа органической фазы;

$a$  – радиус частиц;

$\xi$  – электрокинетический потенциал;

$H$  – расстояние между частицами.

Учитывая предложенный механизм образования положительного заряда частиц AlN можно воспользоваться в первом приближении значением электрокинетического потенциала, определенным в настоящей работе. Растворитель в силу своей природы обладает низкой степенью взаимодействия с частицами AlN.

По данным, приведенным в работах [33, 34], минимальная энергия притяжения оценивается в 5 – 15 к·Т. Отсюда, результаты расчета показывают, что агломерационную устойчивость AlN в органическом растворителе (ксилоле) следует ожидать при размере частиц более 0,8 мкм.

По результатам исследования седиментационной устойчивости системы, приведенным на рисунке 9, видно, что частицы такого размера могут находиться в объеме раствора, не осаждаясь, до 38 часов.

ИК-спектры дисперсных систем содержащих AlN и  $\text{Al}_2\text{O}_3$  с растворителями свидетельствуют о том, что все растворители вне зависимости от их природы фактически не вступают во взаимодействие с твердой фазой. Подобное поведение органических растворителей

можно объяснить тем, что предварительно адсорбированная вода, гидроксильные группировки и адсорбированная окись углерода настолько сильно блокируют поверхность частиц  $\text{AlN}$  и  $\text{Al}_2\text{O}_3$ , что органическая фаза практически не сорбируется и может входить лишь во вторичный адсорбционный слой.

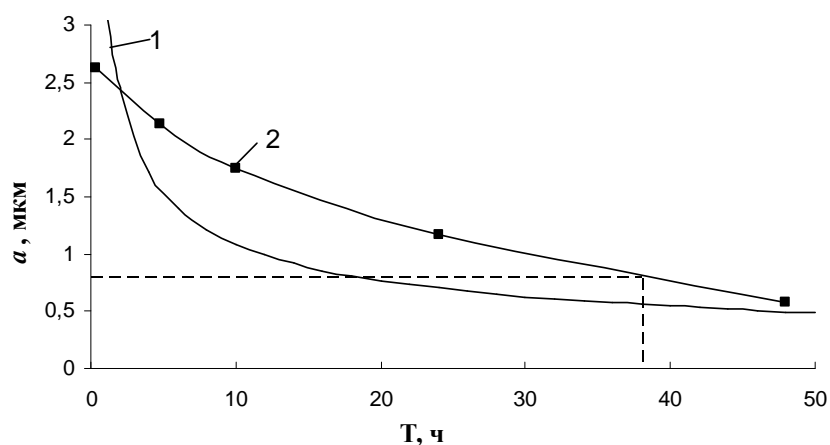


Рисунок 9 – Результаты определения седиментационной устойчивости растворителя с добавкой нитрида алюминия:

- 1 – Критический размер частиц по уравнению Стокса;  
2 – Экспериментальные данные

Для дисперсной системы с нитридом алюминия, полученным газофазным способом, была изучена устойчивость растворов, в пределах времени необходимого для проведения процесса пропитки обмотки статора. Учитывая характер распределения частиц  $\text{AlN}$  по размеру, а также экспериментальную проверку устойчивости системы «растворитель – твёрдая фаза» и раствора «электроизоляционный лак – твёрдая фаза», устойчивости можно добиться только при условии внешнего ультразвукового воздействия или механического перемешивания, без специального выделения отдельных фракций [35].

Результаты анализа крупности частиц после дополнительного ультразвукового воздействия приведены на рисунке 10. Из результатов следует, что после воздействия ультразвуком на порошок нитрида алюминия в растворителе удалось разбить часть исходных агломератов (порядка 5 мкм) до размеров менее 1 мкм.

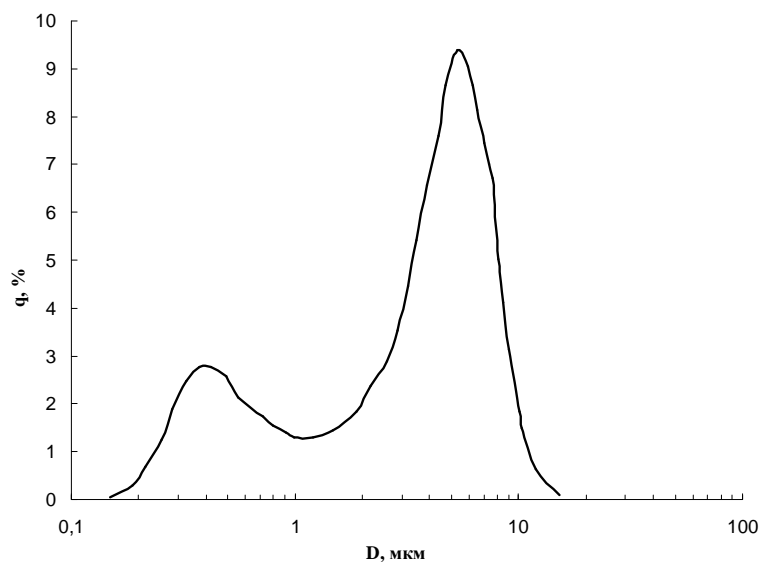


Рисунок 10 – Результаты седиментационного анализа нитрида алюминия после обработки ультразвуковыми колебаниями

### Заключение

1. Результаты расчета показали, что агломерационной устойчивости в системе «нитрид алюминия – органический растворитель» можно достичь при размере частиц AlN более 0,8 мкм. Следовательно, для создания седиментационно-устойчивой системы, при введении в растворитель нитрида алюминия в исходном состоянии (размер агломератов ~5 мкм), в течение времени необходимого на проведение технологических операций для пропитки статора асинхронного двигателя, требуется дополнительное внешнее воздействие в виде ультразвуковых колебаний или интенсивного механического перемешивания, что было подтверждено экспериментальными результатами.
2. Результаты исследований показали, что для сохранения технологически приемлемого значения вязкости содержание наполнителя в композиционном материале не должно превышать 35 об.%. При содержании наполнителя до 20 об.% регулирование вязкости лучше производить путем добавления растворителя, а для высоконаполненных составов (более 30 об.%) предпочтительнее повышение температуры до значений при которых еще не начинается процесс отверждения.



## Список использованных источников

1. Shanefield D.J. Organic Additives and Ceramic processing 2nd edition [Text] / D.J. Shanefield. – Kluwer Academic Publishers, 1996. – P. 316.
2. Conley R.F. Practical dispersion [Text] / R.F. Conley. – Wiley-VCH, 1996. – P. 464.
3. Kitahara A. Stability of dispersions in polar media [Text] / A. Kitahara // Advan. Colloid and Interface Sci. – 1992. – Vol. 38. – P. 1-11.
4. Lyklema J. Principles of stability of lyophobic colloidal dispersions In non-aqueous media [Text] / J. Lyklema // Advan. Colloid and Interface Sci. – 1968. – Vol. 2. – P. 65-114.
5. Pugh R.J. The dispersibility and stability of carbon black in media of low dielectric constant. 1. Electrostatic and steric contributions to colloidal stability [Text] / R.J. Pugh, T. Matsunaga, F.M. Fowkes // Colloids and Surfaces. – 1983. – Vol. 7 (3). – P. 183-207.
6. Wang G. Surface Chemistry and Rheology of Electrostatically (Ionically) Stabilized Alumina Suspensions in Polar Organic Media [Text] / G. Wang, P. Sarkar, P.S. Nicholson // J. Am. Ceram. Soc. – 1999. – Vol. 82. – P. 849-856.
7. Mikeska K.R. Non-aqueous dispersion properties of pure barium titanate for tape casting [Text] / K.R. Mikeska, W.R. Cannon // Colloids Surf. – 1988. – Vol. 29. – P. 305-321.
8. Raj, P. M. Electrosteric stabilization mechanisms in nonaqueous high solids loading dispersions [Text] / P.M. Raj, W.R. Cannon // Surf. Sci. Ser.: Polymers in Particulate Systems. – 2002. – Vol. 104. – P. 27 – 61.
9. Colloidal Processing of Polymer Ceramic Nanocomposites for Integral Capacitors [Text] / H. Windlass [et al.] // IMAPS International Symposium on Advanced Packaging Materials. – Braselton, 2001. – P. 393-398.
10. Исследование электрокинетических свойств наночастиц тантала в водных растворах [Текст] / М.В. Баранов [и др.] // Бутлеровские сообщения. – 2010. – Т. 21, №8. – С. 12-16.
11. Чиганова Г.А. Коллоидно-химические свойства водных дисперсий дисперсионного  $\text{Al}_2\text{O}_3$  взрывного синтеза [Текст] / Г.А. Чиганова, О.Н. Нафикова // Коллоидный журнал. – 2005. – Т.67, №1. – С. 128-131.
12. High temperature oxidation of hot-pressed aluminium nitride by water vapour [Text] / T. Sato [et al.] // J. of Material Seince. – 1987. – Vol.22. – P. 2277-2280.
13. Kurihara Y. The influence of moisture on surface properties and insulation characteristics of AlN substrates [Text] / Y. Kurihara, O. Endoh, K. Yamada // Components, Hybrids, and Manufacturing Technology, IEEE Transactions on. – 1989. – Vol. 12. (3). – P. 380-334.
14. FT-113 study of the surface properties of the spinels  $\text{NiAl}_2\text{O}_4$  and  $\text{CoAl}_2\text{O}_4$  in relation to those of transitional aluminas [Text] / Busca G. [et.al.] // J. Catalysis. – 1991. – Vol. 131. – P. 167-177.
15. Davydov A.A. Molecular Spectroscopy of Oxide Catalyst Surfaces [Text] / A.A. Davydov. – New York: John Wiley & Sons, 1984. – P. 690.

16. Busca G. Infrared spectroscopic identification of species arising from reactive adsorption of carbon oxides on metal oxide surfaces [Text] / G. Busca V. Lorenzelli // Mater. Chem. – 1982. – 7. – P. 89-126.
17. Knözinger H. Specific Poisoning and Characterization of Catalytically Active Oxide Surfaces [Text] / H. Knözinger // Adv. Catal. – 1976. – Vol.25. – P. 184-271.
18. Взаимодействие нанопорошка нитрида алюминия с водными средами [Текст] / Д.А. Бекетов [и др.] // Бутлеровские сообщения. – 2011. – Т.27, №13. – С. 72-76.
19. Brooks C.S. Zero point of charge of oxides [Text] / C.S. Brooks // J. Colloid. Sci. – 1960. – Vol. 13. – P. 532.
20. Saraga L.T. Contact Angle, Wettability and Adhesion [Text] / L.T. Saraga // ACS Symp. American Chemical Society. – 1964. – Vol. 43. – P. 232.
21. Дейнега Ю.Ф. Электрофоретическое осаждение металлополимеров [Текст] / Ю.Ф. Дейнега, З.Р.Ульберг, В.Р. Эстрела-Льопис. – Киев: Наукова думка, 1976. – 255 с.
22. Peri J.B. Infrared and Gravimetric Study of the Surface Hydration of  $\gamma$ -Alumina [Text] / J.B. Peri // J. of Physical Chemistry. – 1965. – Vol. 69 (1). – P. 211-219.
23. Peri J.B. A Model for the surface of  $\gamma$ -Alumina [Text] / J.B. Peri // J. of Physical Chemistry. – 1965. – Vol. 69 (1). – P. 220-230.
24. Infrared Spectroscopic Characterization of the  $\alpha$ -Alumina Surface [Text] / C. Morterra [et al.] // J. of the Chemical Society of London-Faraday Transactions. – 1976. – Vol. 52. – P. 2722-2734.
25. Knözinger H. Catalytic aluminum; Surface models and Characterization of Surface Sites [Text] / H. Knözinger, P. Ratnasway // Catalysis Reviews-Science and Engineering. – 1970. – Vol. 17 (1). – P. 31-70.
26. Взаимодействие нанопорошков оксида алюминия с водными и органическими средами [Текст] / Д.А. Бекетов [и др.] // Бутлеровские сообщения. – 2011. – Т.27, №12. – С. 24-30.
27. Горичев И.Г. Кинетические закономерности процесса растворения оксидов металлов в кислых средах [Текст] / И.Г. Горичев, М.А. Киприянов // Успехи химии. – 1984. – Т. 53. – В. 11. – С. 1790-1826.
28. Духин С.С. Электрофорез [Текст] / С.С. Духин, Б.В. Дерягин. – М.: Наука, 1976. – 332с.
29. Dispersion and Casting of Silicon Powder without Defloulculants [Text] / S. Mitzuta [et al.] // Am. Ceram. Soc. Bulle. – 1985. – Vol. 61, № 8. – P. 3697.
30. Hamaker H.C. The London-Vander Waals Attraction between Spherical Particals [Text] / H.C. Hamaker. – Amsterdam: Physical, 1937. – Vol. 4. – P. 1058.
31. Visser J. On Hamaker constants: A comparison between Hamaker constants and Lifshitz-van der Waals constants [Text] / J. Visser // Adv. Colloid Interface Sci. – 1972. – Vol. 3 (4). – P. 331-363.
32. Bleier A. Fundamentals of preparing suspensions of silicon and related ceramic powders [Text] / A.

Bleier // J. Am. Ceram. Soc. – 1983. – Vol. 66 (5). – P. C-79 – C-81.

33. Groberty B. Preparation of AlN-TiO<sub>2</sub> powder compacts using colloidal methods [Text] / B. Groberty, A. Mocellin // Ceramics International. – 1989. – Vol. 15 (5). – P. 271-279.
34. Dispersion of Silicon Carbide Powders in Nonaqueous Solvents [Text] / M. Okuyama [et al.] // J. Am. Ceram. Soc. – 1989. – Vol. 72 (10). – P. 1918-1924.
35. О применении ультразвукового способа пропитки обмоток машин переменного тока с использованием наноксидо-нитридных теплопроводящих наполнителей [Текст] / М.В. Баранов [и др.] // Электромеханические и электромагнитные преобразователи энергии и управляемые электромеханические системы: сборник научных трудов IV Международной научно-технической конференции. – Екатеринбург: Уральский федеральный университет имени первого Президента России Б.Н. Ельцина, 2011. – С. 281-288.

## **Приложения**

**Протоколы испытаний опытных образцов  
асинхронных двигателей с новой изоляцией  
из композиционного материала  
«AlN – кремнийорганический лак КО-916К»  
с капсулированными лобовыми частями  
и серийного асинхронного двигателя ДР82А2**

## Протокол №\_\_1\_\_

Стендовых испытаний 3-фазного электрического двигателя переменного тока  
 типа ДТР80 зав.№ А х 551  
 кВт. 1.5 вольт 380 ампер 3.5 об./мин. 2715  
 пер./сек \_\_\_\_\_ сопряж. фаз Y коэфф. мощности 0.89 КПД 73%

### РЕЗУЛЬТАТЫ ИСПЫТАНИЙ

1. Измерение омического сопротивления обмоток  
 статора до режима.

Температура окружающей среды 25 °C

Фаза	U	I	R
	C=0.2	C=0.02	Ом
1	80.5	104	3.87
2	80.5	104.5	3.851


2. Опыт холостого хода

Ua	Ub	Uc	Ia	Ib	Ic	P	Cosφ
В	В	В	А	А	А	Вт	
242	244	242	2	2.2	1.9	199	0.131
220	221	220	1.5	1.6	1.5	155	0.148
200	201	200	1.3	1.4	1.2	132	0.164
180	181	180	1.1	1.1	1	113	0.185
160	161	160	0.9	1	0.9	103	0.219
140	141	140	0.8	0.8	0.8	92	0.264
120	121	120	0.6	0.7	0.6	82	0.325
100	101	100	0.5	0.6	0.5	75	0.42
80	80.6	80.2	0.4	0.5	0.4	67	0.563
60.4	61.2	60.7	0.4	0.5	0.4	62	0.744
40.4	41.3	40.9	0.4	0.5	0.5	60	0.9

3. Работа подшипников проверена.

4. Режим нагрева

Время	$t^0$ окр	Ua	Ub	Uc	Ia	Ib	Ic	Icp	P	n	U <sub>Г</sub>	I <sub>Г</sub>	I <sub>В</sub>
Мин.	С <sup>0</sup>	В	В	В	А	А	А	А	Вт	об/мин	В	А	А
20	25	220	222	220	3.4	3.6	3.5	3,5	2.02	2756	219	5,5	0,3
40	25.5	220	222	220	3.6	3.6	3.5	3,56	2.06	2721	219	5.5	0.3
60	25.5	220	221	220	3.3	3.5	3.4	3,4	2.0	2720	219	5.5	0.3
80	25.5	220	223	221	3.3	3.5	3.4	3,4	1.98	2720	217	5.5	0.3

5. Измерение сопротивления обмотки с течением времени при нагреве.

Время	Мин.	20	20										
U	C=0.2	87.5	87.5										
I	C=0.02	99	100										
R	Ом	4,19	4,375										

Перегрев двигателя  $\Delta\theta = 20,67^0$

Время	Мин.	40	40										
U	C=0.2	89	89										
I	C=0.02	98	98										
R	Ом	4,54	4,54										

Перегрев двигателя  $\Delta\theta = 43,28^0$

Время	Мин.	60	60										
U	C=0.2	88	88										
I	C=0.02	97	97										
R	Ом	4,535	4,535										

Перегрев двигателя  $\Delta\theta = 42,95^0$

Время	Мин.	80	80										
U	C=0.2	88	88										
I	C=0.02	97	97										
R	Ом	4,535	4,535										

Перегрев двигателя  $\Delta\theta = 42,95$

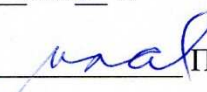
Испытания проводили:



Мирзаханов Р.Б.

Ягупов А.И.

« 15 » 10 2010 г.

Руководитель испытаний  Пластун А.Т.

Подписи уполномоченных лиц:  
Менюй с...  
дир. ...



Н.Н. Маркова

## Протокол № 2

Стендовых испытаний 3-фазного электрического двигателя переменного тока  
 типа ДТР80 зав.№ А х 550  
 кВт. 1.5 вольт 380 ампер 3.5 об./мин. 2715  
 пер./сек сопряж. фаз Y коэфф. мощности 0.89 КПД 73%

### РЕЗУЛЬТАТЫ ИСПЫТАНИЙ

1. Измерение омического сопротивления обмоток  
 статора до режима.

Температура окружающей среды 24.5 °C

Фаза	U	I	R
	C=0.2	C=0.02	Ом
1	78	101	3.86
2	78	101	3.86


2. Опыт холостого хода

Ua	Ub	Uc	Ia	Ib	Ic	P	Cosφ
В	В	В	А	А	А	Вт	
242	245	242	2	2.1	1.9	179	0.121
220	221	220	1.5	1.6	1.4	137	0.133
200	201	200	1.2	1.1	1	113	0.145
180	181	180	1	1.1	1	96	0.162
160	161	160	0.9	0.9	0.8	83	0.186
140	141	140	0.7	0.8	0.7	75	0.222
120	121	120	0.6	0.7	0.6	66	0.27
100	101	100	0.5	0.6	0.5	58	0.35
80	81	80	0.4	0.5	0.4	53	0.47
60	61	60	0.3	0.4	0.3	47	0.647
40	41	40	0.3	0.4	0.3	44	0.858

3. Работа подшипников проверена.

4. Режим нагрева

Время	$t^0$ окр	Ua	Ub	Uc	Ia	Ib	Ic	Icp	P	n	U <sub>Г</sub>	I <sub>Г</sub>	I <sub>В</sub>
Мин.	С <sup>0</sup>	В	В	В	А	А	А	А	Вт	об/мин	В	А	А
20	24.5	220	223	220	3.4	3.6	3.5	3.5	2.06	2737	216	5,5	0,35
40	25	220	222	220	3.4	3.7	3.6	3.56	2.09	2715	216	5.5	0.34
60	25	220	222	220	3.5	3.6	3.5	3.53	2.11	2712	218	5.5	0.34
80	25	220	223	220	3.4	3.6	3.5	3.5	2.13	2709	218	5.5	0.34

5. Измерение сопротивления обмотки с течением времени при нагреве.

Время	Мин.	20	20										
U	C=0.2	85	85										
I	C=0.02	95	95										
R	Ом	4.47	4.47										

Перегрев двигателя  $\Delta\theta = 39.73^0$

Время	Мин.	40	40										
U	C=0.2	86	85.5										
I	C=0.02	93	93.5										
R	Ом	4.623	4.572										

Перегрев двигателя  $\Delta\theta = 49.45^0$

Время	Мин.	60	60										
U	C=0.2	85.5	85.5										
I	C=0.02	93	93.5										
R	Ом	4.572	4.572										

Перегрев двигателя  $\Delta\theta = 46.11^0$





## Протокол №\_\_3\_\_

Стендовых испытаний 3-фазного электрического двигателя переменного тока  
 типа ДТР80 зав.№ А х 550  
 кВт. 1.5 вольт 380 ампер 3.5 об./мин. 2715  
 пер./сек \_\_\_\_\_ сопряж. фаз Y коэфф. мощности 0.89 КПД 73%

### РЕЗУЛЬТАТЫ ИСПЫТАНИЙ

1. Измерение омического сопротивления обмоток  
 статора до режима.

Температура окружающей среды 24.5 °C

Фаза	U	I	R
	C=0.2	C=0.02	Ом
1	78	101	3.86
2	78	101	3.86


2. Опыт холостого хода

Ua	Ub	Uc	Ia	Ib	Ic	P	Cosφ
В	В	В	А	А	А	Вт	
242	245	242	2	2.1	1.9	179	0.121
220	221	220	1.5	1.6	1.4	137	0.133
200	201	200	1.2	1.1	1	113	0.145
180	181	180	1	1.1	1	96	0.162
160	161	160	0.9	0.9	0.8	83	0.186
140	141	140	0.7	0.8	0.7	75	0.222
120	121	120	0.6	0.7	0.6	66	0.27
100	101	100	0.5	0.6	0.5	58	0.35
80	81	80	0.4	0.5	0.4	53	0.47
60	61	60	0.3	0.4	0.3	47	0.647
40	41	40	0.3	0.4	0.3	44	0.858

3. Работа подшипников проверена.

4. Режим нагрева

Время	t <sup>0</sup> окр	Ua	Ub	Uc	Ia	Ib	Ic	Icp	P	n	U <sub>Г</sub>	I <sub>Г</sub>	I <sub>в</sub>
Мин.	C <sup>0</sup>	В	В	В	А	А	А	А	Вт	об/мин	В	А	А
20	25	220	222	220	3.4	3.6	3.5	3,5		2736	217	5,5	0,3
40	25.5	220	222	220	3.4	3.6	3.5	3,5	2.02	2720	219	5.5	0.3
60	25.5	220	222	220	3.4	3.5	3.5	3,46	2.03	2711	219	5.5	0.3

80	25.5	220	223	221	3.4	3.5	3.4	3,43	2.03	2700	218	5.5	0.3
100	25.5	220	222	220	3.3	3.5	3.4	3,4	2.0	2700	218	5.5	0.3

5. Измерение сопротивления обмотки с течением времени при нагреве.

Время	Мин.	20	20										
U	C=0.2	97	97										
I	C=0.02	83	83										
R	Ом	4.275	4.275										

Перегрев двигателя  $\Delta\theta = 26.87^0$

Время	Мин.	40	40										
U	C=0.2	84	84										
I	C=0.02	96	96										
R	Ом	4.375	4.375										

Перегрев двигателя  $\Delta\theta = 33.35^0$

Время	Мин.	60	60										
U	C=0.2	85	85										
I	C=0.02	96	96										
R	Ом	4.425	4.425										

Перегрев двигателя  $\Delta\theta = 36.6^0$

Время	Мин.	80	80										
U	C=0.2	85.5	85.5										
I	C=0.02	96	96										
R	Ом	4.45	4.45										

Перегрев двигателя  $\Delta\theta = 38.21^0$



## Протокол № 4

Стендовых испытаний 3-фазного электрического двигателя переменного тока  
 типа ДТР80 зав.№ А х 549  
 кВт. 1.5 вольт 380 ампер 3.5 об./мин. 2715  
 пер./сек сопряж. фаз Y коэфф. мощности 0.89 КПД 73%

### РЕЗУЛЬТАТЫ ИСПЫТАНИЙ

1. Измерение омического сопротивления обмоток  
 статора до режима.

Температура окружающей среды 27 °С

Фаза	U	I	R
	C=0.2	C=0.02	Ом
1	80.8	105	3.845
2	80.8	105	3.845


2. Опыт холостого хода

Ua	Ub	Uc	Ia	Ib	Ic	P	Cosφ
В	В	В	А	А	А	Вт	
220	222	220	1.5	1.7	1.4	156	0.15
200	201	199	1.3	1.4	1.2	134	0.168
180	181	179	1.1	1.1	1	120	0.2
160	160	159	0.9	1	0.9	107	0.234
140	141	140	0.8	0.8	0.7	95	0.274
120	120	119	0.6	0.7	0.6	87	0.347
100	101	100	0.5	0.6	0.5	75	0.428
80.3	81.1	80.3	0.4	0.5	0.4	67	0.556
60.2	60.9	60.4	0.4	0.5	0.4	64	0.758
40	40.8	40.2	0.5	0.6	0.5	61	0.908

--	--	--	--	--	--	--	--

3. Работа подшипников проверена.

4. Режим нагрева

Время	$t^0$ окр	Ua	Ub	Uc	Ia	Ib	Ic	Icp	P	n	U <sub>г</sub>	I <sub>г</sub>	I <sub>в</sub>
Мин.	С <sup>0</sup>	В	В	В	А	А	А	А	Вт	об/мин	В	А	А
20	26	220	222	221	3.5	3.7	3.7	3.63	2.16	2684	225	5,65	0,31
40	25.5	219	222	220	3.3	3.5	3.4	3.4	2.0	2703	219	5.5	0.3
60	26	220	223	221	3.3	3.5	3.4	3.4	2.03	2704	213	5.65	0.295
80	26	221	223	221	3.3	3.5	3.4	3.4	1.97	2715	216	5.425	0.3

5. Измерение сопротивления обмотки с течением времени при нагреве.

Время	Мин.	20	20										
U	C=0.2	87.1	86.5										
I	C=0.02	93.5	94										
R	Ом	4.655	4.6										

Перегрев двигателя  $\Delta\theta = 52.66^0$

Время	Мин.	40	40										
U	C=0.2	86.5	86										
I	C=0.02	92.5	93										
R	Ом	4.675	4.62										

Перегрев двигателя  $\Delta\theta = 54^0$

Время	Мин.	60	60										
U	C=0.2	87	86										
I	C=0.02	92.2	93										
R	Ом	4.718	4.62										

Перегрев двигателя  $\Delta\theta = 56.76^0$





## Протокол № 5

Стендовых испытаний 3-фазного электрического двигателя переменного тока  
 типа ДТР80 зав.№ А х 549  
 кВт. 1.5 вольт 380 ампер 3.5 об./мин. 2715  
 пер./сек сопряж. фаз Y коэфф. мощности 0.89 КПД 73%

### РЕЗУЛЬТАТЫ ИСПЫТАНИЙ

1. Измерение омического сопротивления обмоток статора до режима.

Температура окружающей среды 27 °С

Фаза	U	I	R
	C=0.2	C=0.02	Ом
1	80.8	105	3.845
2	80.8	105	3.845


2. Опыт холостого хода

Ua	Ub	Uc	Ia	Ib	Ic	P	Cosφ
В	В	В	А	А	А	Вт	
220	222	220	1.5	1.7	1.4	156	0.15
200	201	199	1.3	1.4	1.2	134	0.168
180	181	179	1.1	1.1	1	120	0.2
160	160	159	0.9	1	0.9	107	0.234
140	141	140	0.8	0.8	0.7	95	0.274
120	120	119	0.6	0.7	0.6	87	0.347
100	101	100	0.5	0.6	0.5	75	0.428
80.3	81.1	80.3	0.4	0.5	0.4	67	0.556
60.2	60.9	60.4	0.4	0.5	0.4	64	0.758
40	40.8	40.2	0.5	0.6	0.5	61	0.908

--	--	--	--	--	--	--	--

3. Работа подшипников проверена.

4. Режим нагрева

Время	$t^0_{окр}$	Ua	Ub	Uc	Ia	Ib	Ic	Icp	P	n	U <sub>г</sub>	I <sub>г</sub>	I <sub>в</sub>
Мин.	С <sup>0</sup>	В	В	В	А	А	А	А	Вт	об/мин	В	А	А
80	25.5	218	221	220	3.1	3.3	3.2	3,2	1.87	2724	219	5.2	0,295
140	26	220	222	220	3.1	3.3	3.3	3,26	1.89	2726	213	5.35	0.29
160	26	220	222	221	3.1	3.3	3.2	3,2	1.88	2729	213	5.35	0.29

5. Измерение сопротивления обмотки с течением времени при нагреве.

Время	Мин.	80	80										
U	C=0.2	85	84.2										
I	C=0.02	94.5	95										
R	Ом	4.225	4.43										

Перегрев двигателя  $\Delta\theta = 39.3^0$

Время	Мин.	140											
U	C=0.2	84.2											
I	C=0.02	93.9											
R	Ом	4.483											

Перегрев двигателя  $\Delta\theta = 41.48^0$

Время	Мин.	180	180										
U	C=0.2	84	83.4										
I	C=0.02	94	94.6										
R	Ом	4.468	4.408										

Перегрев двигателя  $\Delta\theta = 40.5^0$

Испытания проводили:

*Риф*  
*Якупов*

Мирзаханов Р.Б.

Якупов А.И.

«15» 10 2010 г.

Руководитель испытаний

*Плестун*

Плестун А.Г.

*Подписи удостоверяющей секретари*

*Марков*



